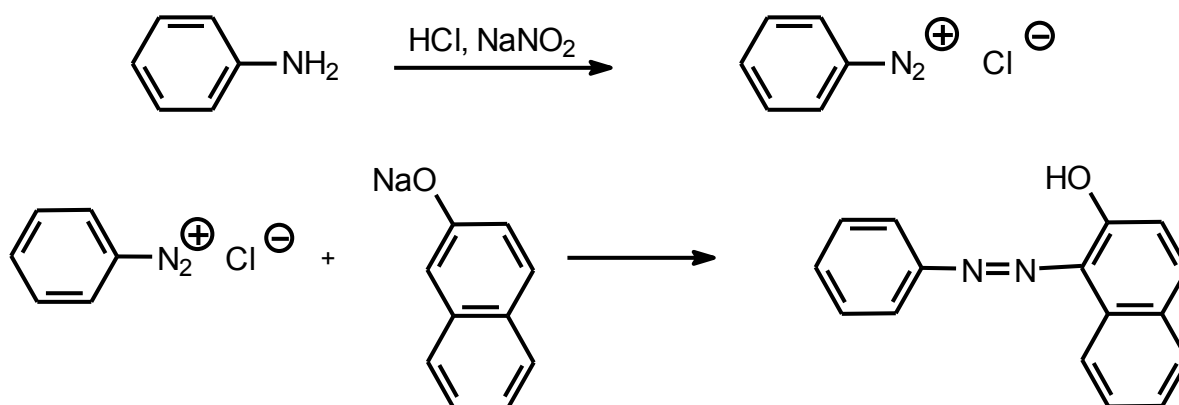


III.e.3

1-FENYLOAZO-2-NAFTOL¹⁾**Odczynniki:**¹⁾

anilina	1,3 cm ³ (1,25 g, 15 mmoli)	2-naftol	2,0 g (15 mmoli)
kwas chlorowodorowy stęż.	4,0 cm ³	wodorotlenek sodu 10%	11,0 cm ³
azotan(III) sodu	1,0 g	etanol	do krystalizacji

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem oraz aminą aromatyczną (substancja bardzo szkodliwa przy wdychaniu i kontakcie ze skórą). Obowiązują rękawice ochronne!

W małej zlewce lub kolbie stożkowej ustawionej na mieszadle magnetycznym rozpuszcza się anilinę w kwasie chlorowodorowym. Roztwór miesza się i chłodzi, aż temperatura spadnie poniżej 5 °C. Do tego roztworu dodaje się porcjami roztwór azotanu(III) sodu w 10 cm³ wody utrzymując temperaturę poniżej 10 °C. W drugiej zlewce przygotowuje się roztwór 2-naftolu w 10% NaOH; roztwór ten ochładza się do 5 °C przez zanurzenie w łaźni lodowej i dodanie ok. 25 cm³ pokruszonego lodu. Do mieszanego energicznie roztworu naftolanu sodu dodaje się zimny roztwór soli diazoniowej – ciecz barwi się na czerwono, a następnie zaczynają wypadać czerwone kryształy 1-fenyloazo-2-naftolu. Mieszaninę reakcyjną pozostawia się w łaźni lodowej na 30 min., mieszając od czasu do czasu pręcikiem. Następnie odsącza się wydzielony barwnik, przemywa starannie wodą,² dobrze odciska, suszy i waży. Małą próbkę (ok. 0.2 g) krystalizuje się z etanolu³ i mierzy temp. topnienia. Czysty związek topi się w temp. 131 °C.

Kontrola czystości za pomocą TLC [kilka miligramów barwnika rozpuszcza się w minimalnej ilości toluenu; adsorbent: SiO₂, eluent: toluen/acetan (3:1)].

¹ W przypadku gdy 1-fenyloazo-2-naftol ma być substratem do syntezy 1,2-naftochinonu, ilości reagentów podane w przepisie należy zwiększyć **trzykrotnie !!!**

² Przesącza umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów nieorganicznych).

³ Przesącza po krystalizacji wylewa się do pojemnika **E** (roztwory etanolowe).